

(19) BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND

DEUTSCHES
PATENTAMT(12) **Offenlegungsschrift**
(11) **DE 3106906 A1**(5) Int. Cl. 3:
C09B 67/22
C 09 B 67/18
C 09 D 11/02

(31) Unionspriorität: (20) (21) (22)

25.02.80 JP P21698-80

(71) Anmelder:

Toyo Ink Manufacturing Co., Ltd., Tokyo, JP

(74) Vertreter:

Grünecker, A., Dipl.-Ing.; Kinkeldey, H., Dipl.-Ing. Dr.-Ing.;
 Stockmar, W., Dipl.-Ing. Dr.-Ing. Ae.E. Cal Tech;
 Schumann, K., Dipl.-Phys. Dr.rer.nat.; Jakob, P., Dipl.-Ing.;
 Bezold, G., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Meister, W., Dipl.-Ing.;
 Hilgers, H., Dipl.-Ing.; Meyer-Plath, H., Dipl.-Ing. Dr.-Ing.,
 Pat.-Anw., 8000 München

(21) Aktenzeichen: P 31 06 906.1
 (22) Anmeldetag: 24. 2. 81
 (41) Offenlegungstag: 14. 1. 82

(72) Erfinder:

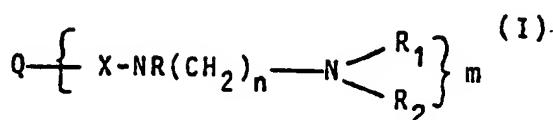
Ehashi, Shigeyuki, Kawagoe, Saitama, JP; Tsuchida, Junichi; Kakimoto, Kenichi, Tokyo, JP; Katsura, Hiromitsu, Tokorozawa, Saitama, JP

(54) Pigment-Zusammensetzungen

Er werden Pigment-Zusammensetzungen zur Verfügung gestellt, enthaltend ein Pigment und eine färbende Verbindung, dadurch gekennzeichnet, daß als färbende Verbindung eine Verbindung der allgemeinen Formel (I)

(1. Formel)

enthaltend ist, in welcher Q einen Rest einer färbenden Verbindung mit Ausnahme von Phthalocyanin bedeutet, X einen Rest $-SO_2-$ oder $-CO-$ darstellt, m und n jeweils für eine ganze Zahl von 1 bis 4 bzw. von 1 bis 6 stehen, R ein Wasserstoffatom, einen Alkylrest mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen oder einen Alkenylrest mit 2 bis 20 Kohlenstoffatomen bedeutet und R_1 und R_2 unabhängig voneinander ein Wasserstoffatom, einen substituierten oder unsubstituierten Alkylrest mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen oder einen substituierten oder unsubstituierten Alkenylrest mit 2 bis 20 Kohlenstoffatomen darstellen oder R_1 und R_2 zusammen einen heterocyclischen Ring bilden, der ein Stickstoff-, Sauerstoff- oder Schwefelatom enthält. (31 06 906 -)



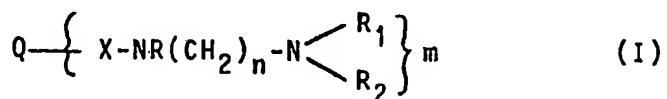
DE 3106906 A1

DE 3106906 A1

3106906

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Pigment-Zusammensetzungen enthaltend ein Pigment und eine färbende Verbindung, dadurch gekennzeichnet, daß als färbende Verbindung eine Verbindung der allgemeinen Formel (I)



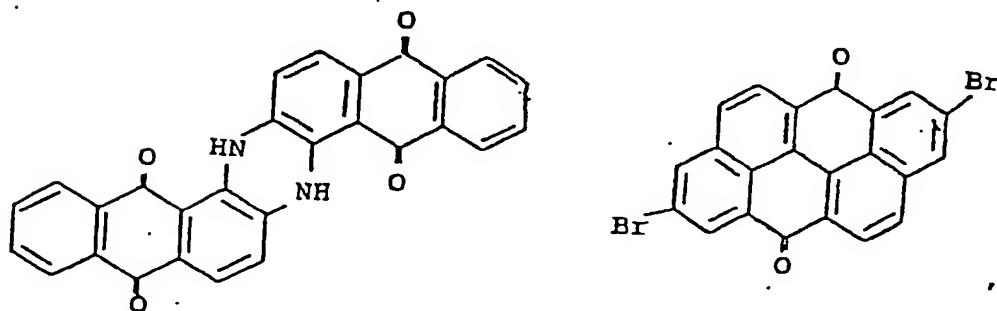
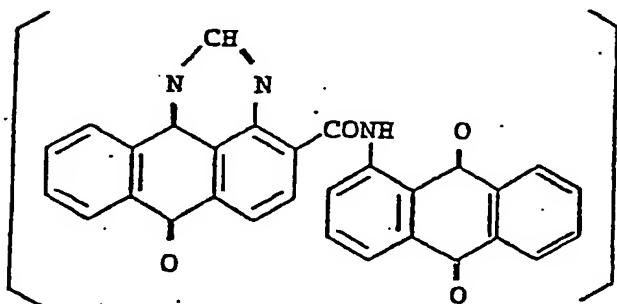
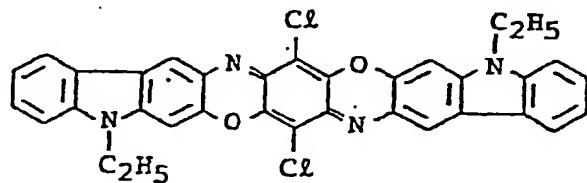
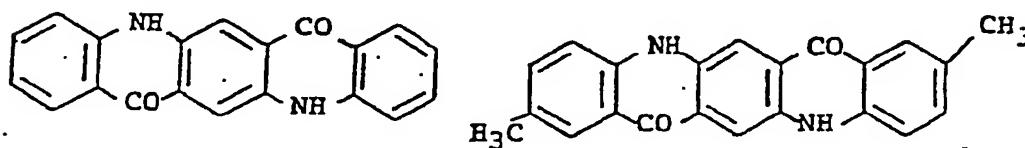
enthalten ist, in welcher Q einen Rest einer färbenden Verbindung mit Ausnahme von Phthalocyanin bedeutet, X einen Rest $-SO_2-$ oder $-CO-$ darstellt, m und n jeweils für eine ganze Zahl von 1 bis 4 bzw. von 1 bis 6 stehen, R ein Wasserstoffatom, einen Alkylrest mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen oder einen Alkenylrest mit 2 bis 20 Kohlenstoffatomen bedeutet und R_1 und R_2 unabhängig voneinander ein Wasserstoffatom, einen substituierten oder unsubstituierten Alkylrest mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen oder einen substituierten oder unsubstituierten Alkenylrest mit 2 bis 20 Kohlenstoffatomen darstellen oder R_1 und R_2 zusammen einen heterocyclischen Ring bilden, der ein Stickstoff-, Sauerstoff- oder Schwefelatom enthält.

2. Pigment-Zusammensetzungen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie 100 Gew.-Teile Pigment und 0,3 bis 30 Gew.-Teile färbende Verbindung enthalten.
3. Pigment-Zusammensetzungen nach mindestens einem der Ansprüche 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die färbende Verbindung der allgemeinen Formel (I) eine substituierte Verbindung eines Pigments oder eines Farbstoffs ist aus der Gruppe Chinacridon, Dioxazin, Anthrapyrimidin, Anthanthron, Indanthron, Flavanthron, Perynon, Perylen, Thioindigo, 4,4'-Diamino-1,1'-dianthrachinonyl und Azoverbindungen.

130062/0580

3106906

4. Pigment-Zusammensetzungen nach mindestens einem der Ansprüche 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die färbende Verbindung der allgemeinen Formel (I) ausgewählt ist aus der Gruppe

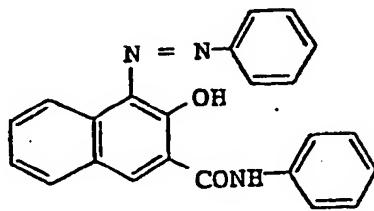
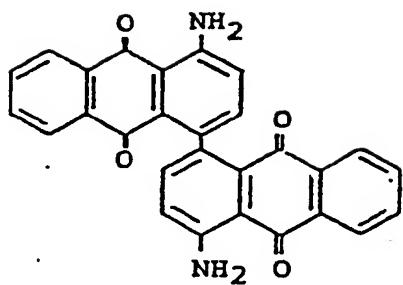
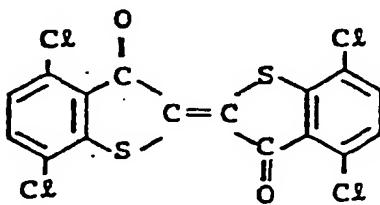
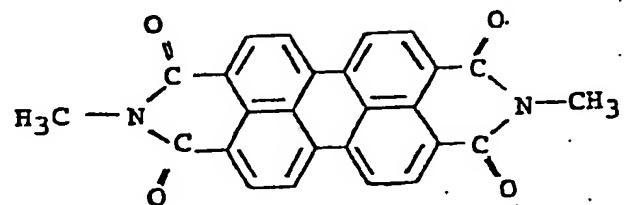
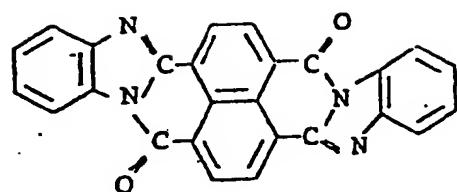
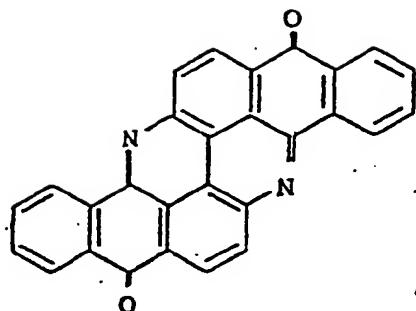


130062/0580

130062/0580

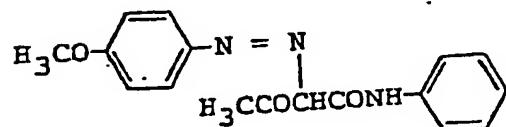
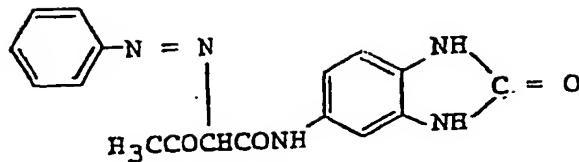
- 3 -

3106906

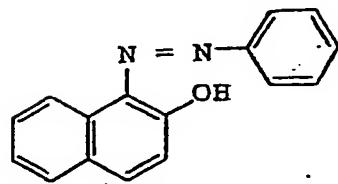


130062/0580

3106906



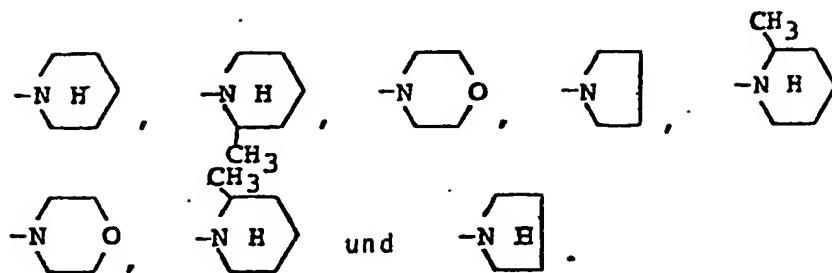
und



5. Pigment-Zusammensetzungen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß R ein Wasserstoffatom bedeutet.
6. Pigment-Zusammensetzungen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß R₁ und R₂ unabhängig voneinander jeweils einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen bedeuten oder R₁ und R₂ zusammen mit dem benachbarten Stickstoffatom einen heterocyclischen Ring bilden aus der Gruppe

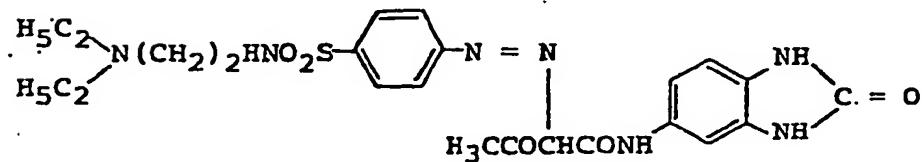
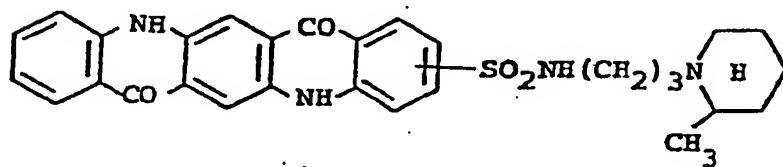
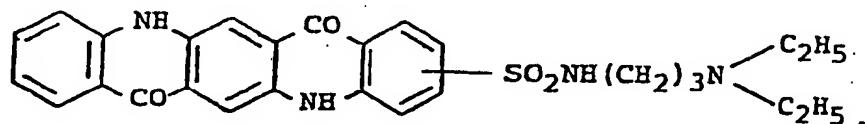
130062/0580

3106906



7. Pigment-Zusammensetzungen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß n eine ganze Zahl von 1 bis 5 ist.

8. Pigment-Zusammensetzungen nach mindestens einem der Ansprüche 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die färbende Verbindung der allgemeinen Formel (I) ausgewählt ist aus der Gruppe

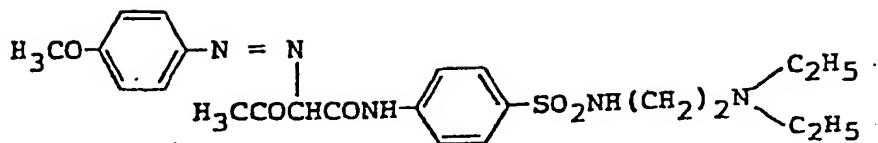


130062/0580

6
- 6 -

3106906

und



9. Offsetdruck-Druckfarben, gekennzeichnet durch einen Gehalt einer Pigment-Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 8.
10. Tiefdruck-Druckfarben, gekennzeichnet durch einen Gehalt einer Pigment-Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 8.
11. Farbe, gekennzeichnet durch einen Gehalt einer Pigment-Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 8.
12. Lack, gekennzeichnet durch einen Gehalt einer Pigment-Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 8.

130062/0580

3106906

PATENTANWÄLTE

REPRESENTATIVES BEFORE THE
EUROPEAN PATENT OFFICE

- 7 -

A. GRÜNECKER

DPL-ING.

H. KINKELDEY

DR. ING.

W. STOCKMAIR

DR. ING. AEROCALTECH

K. SCHUMANN

DR. RER. NAT. DPL-phys.

P. H. JAKOB

DPL-ING.

G. BEZOLD

DR. RER. NAT. DPL-CHEM.

8 MÜNCHEN 22

MAXIMILIANSSTRASSE 43

24. Februar 1981

P 15 953

TOYO INK MANUFACTURING CO., LTD.
3-13, Kyobashi 2-chome,
Chuo-ku
Tokyo 104, Japan

Pigment-Zusammensetzungen

130062/0580

130062/0580
- 2 -
3106906

- 8 -

Die Erfindung betrifft Pigment-Zusammensetzungen mit ausgezeichneten Eigenschaften für die praktische Anwendung, insbesondere die Eigenschaften des Nicht-Ausflockens und Nicht-Kristallisierens.

Im allgemeinen bestehen praktisch nützliche Pigmente, die einen klaren Farbton und eine hohe Farbkraft besitzen, in verschiedenen Beschichtungs-Zusammensetzungen aus feinen Teilchen. Wenn jedoch diese feinen Pigment-Teilchen in nicht wäßrigen Trägern dispergiert werden zur Verwendung als beispielsweise Offsetdruck-Druckfarben, Tiefdruck-Druckfarben und Farben, so ist es schwierig, stabile Dispersionen zu erhalten, wobei eine Neigung zur Entstehung vieler verschiedener Probleme vorhanden ist, welche auf die Herstellung einen bedeutsamen Einfluß nehmen und auch auf den Wert des erhaltenen Produkts. So sind beispielsweise Dispersionen, welche aus feinen Teilchen bestehende Pigmente enthalten, häufig hoch viskos und aus diesem Grunde ist es schwierig, das Dispersionsprodukt zuzubereiten und zu transportieren. In einem sehr schlechten Fall kann das Dispersionsprodukt aufgrund des Erstarrens während der Lagerung überhaupt nicht verwendet werden. Werden Pigmente unterschiedlicher Art vermischt, so können unerwünschte Erscheinungen auftreten, wie beispielsweise Farbtrennung durch Ausflocken und Niederschlagsbildung und dadurch kann verursacht werden, daß das Dispersionssystem uneinheitlich in der Färbung wird und darüber hinaus kann die Druckkraft in nicht wäßrigen Trägern bemerkenswert absinken. Es können auch weitere Probleme auftreten, wie Minderung des Glanzes und unterlegene Eigenschaften bei dem Planieren von Filmen, die aus derartigen Dispersionssystemen hergestellt werden sind.

Wenn auch keine direkte Beziehung zu der Dispersion von Pigmenten besteht, so unterliegen doch einige organische Pigmente

130062/0580

einer Kristallisations-Umwandlung. Instabile Kristalle eines Pigments (vom energetischen Standpunkt betrachtet) ändern ihre Größe und Form zu den Abmessungen eines stabileren Zustandes in einem nicht wässrigen Träger, so wie er für Offsetdruck-Druckfarben, Tiefdruck-Druckfarben und Farben verwendet wird. Das kann natürlich den handelsmäßigen Wert des Dispersionsystems reduzieren aufgrund der deutlichen Änderung im Farbton, Verringerung der Druckstärke und Bildung von groben Teilchen.

Es gibt eine Anzahl von Vorschlägen zur Verbesserung des Nicht-Ausflockens und der Kristallstabilität von Pigmenten, insbesondere Kupfer-Pthalocyanin-Pigmente und Chinacridon-Pigmente.

Diese Vorschläge können breit klassifiziert werden vom technischen Gesichtspunkt in den beiden folgenden Kategorien. Die erste Kategorie umfaßt Vorschläge zur Beschichtung der Oberflächen von Pigmentteilchen mit farblosen Verbindungen, wie beispielsweise Siliciumoxid, Aluminiumoxid und tert.-Butylbenzoat, wie es in den US-PSen 3 370 971 und 2 965 511 beschrieben ist. Die zweite Kategorie ist in typischer Weise in der japanischen Patent-Veröffentlichung 41-2466 und in der US-PS 2 761 865 beschrieben und umfaßt Verfahren zum Vermischen mit Pigmentverbindungen, die durch Einführung von Substituenten (in Seitenketten), wie einen Sulforest, einen Sulfonamidrest, einen Aminomethylrest, einen Phthalimidmethylrest und ähnliche als Matrixgerüst in organische Pigmente erhalten worden sind.

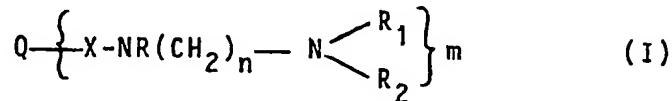
Die Verfahren der zweiten Kategorie sind besser, als diejenigen der ersten Kategorie, da die zweite Kategorie der Verfahren einen größeren Effekt bewirken kann bezüglich des Nicht-Ausflockens und der Kristallstabilität in nicht wässrigen Trägern und eine einfache Herstellung der Pigment-Zusammensetzungen sichern kann. Jedoch sind die so erhaltene Nicht-Ausflockbarkeit und Kristallstabilität nicht hinreichend.

Hinsichtlich der Verfahren zum Vermischen von Azoverbindungen beschreiben die japanischen Patent-Veröffentlichungen 45-11026 und 53-35090 Verfahren, in welchen Erdalkalimetallsulfonate und organische Aminsalze von Azo-Farbstoffen vermischt werden. Jedoch sind durch diese Verfahren erzielte Effekte ebenfalls nicht hinreichend.

Bislang wurden wenige Untersuchungen ausgeführt bezüglich der Pigmente Dioxazin, Anthrapyrimidin, Anthanthron, Indanthron, Flavanthron, Perynon, Perylen, Thioindigo und 4,4'-Diamino-1,1'-dianthrachinonyl.

Seitens der Erfinder der vorliegenden Erfindung wurden umfangreiche Untersuchungen unternommen zur Oberwindung oder zumindest zur Verringerung verschiedener Probleme, die in nicht wäßrigen Trägern auftreten, welche beispielsweise verwendet werden in Offsetdruck-Druckfarben, Tiefdruck-Druckfarben oder Farben, wie sie vorstehend erwähnt wurden. Dabei haben sie überlegene Pigment-Zusammensetzungen und Verfahren zu deren Herstellung erfunden.

Erfindungsgemäß werden Pigment-Zusammensetzungen zur Verfügung gestellt enthaltend ein Pigment und eine färbende Verbindung der allgemeinen Formel (I)



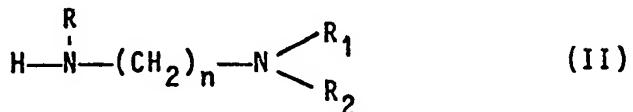
worin Q einen Rest einer färbenden Verbindung mit Ausnahme von Phthalocyanin bedeutet, X einen Rest $-SO_2-$ oder $-CO-$ darstellt, m und n jeweils für eine ganze Zahl von 1 bis 4 bzw. 1 bis 6 stehen, R ein Wasserstoffatom, einen Alkylrest mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen oder einen Alkenylrest mit 2 bis 20 Kohlenstoffatomen bedeutet und R_1 und R_2 unabhängig vonein-

ander ein Wasserstoffatom, einen substituierten oder unsubstituierten Alkylrest mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen oder einen substituierten oder unsubstituierten Alkenylrest mit 2 bis 20 Kohlenstoffatomen darstellen oder R_1 und R_2 zusammen einen heterocyclischen Ring bilden, der ein Stickstoff-, Sauerstoff- oder Schwefelatom enthält. Vorzugsweise bilden R_1 und R_2 zusammen mit dem angrenzenden Stickstoffatom einen heterocyclischen Ring, der gegebenenfalls ein Sauerstoff- oder Schwefelatom enthalten kann.

Die erfindungsgemäßen Pigment-Zusammensetzungen sind überlegen in ihren Eigenschaften des Nicht-Ausflockens und der Kristallstabilität im Vergleich zu den Zusammensetzungen, die durch herkömmliche Verfahren erhalten werden. Die erfindungsgemäßen Pigment-Zusammensetzungen sind ebenfalls vorteilhaft aus produktionstechnischen Gründen.

Verbindungen der allgemeinen Formel (I) können hergestellt werden durch Umsetzung von beispielsweise Chinacridon, Dioxazin, Anthrapyrimidin, Anthanthron, Indanthron, Flavanthron, Perynon, Perylen, Thioindigo, 4,4'-Diamino-1,1'-dianthrachinonyl, oder Azoverbindungen mit Chlorsulfonsäure oder Thionylchlorid, wodurch das entsprechende Sulfonylchlorid oder Carbonylchlorid erhalten wird, welches anschließend mit Amin umgesetzt wird. Wie nachfolgend in den Herstellungsbeispielen beschrieben wird, können 1 bis 4 Substituenten durch dieses Verfahren eingeführt werden.

Amine, welche in dem vorstehend genannten Verfahren eingesetzt werden können, sind beispielsweise die Amine der allgemeinen Formel (II)

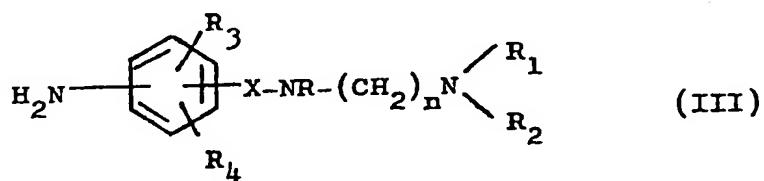


worin n , R , R_1 und R_2 die vorstehend genannte Bedeutung haben. Unter den typischen Aminen, die in dem Verfahren eingesetzt werden können, sind beispielsweise Piperidinomethylamin, Dimethylaminoäthylamin, Diäthylaminoäthylamin, Dimethylamino-propylamin, Diäthylaminopropylamin, Dibutylaminopropylamin, Piperidinoäthylamin, Pipocolinoäthylamin, Morpholinoäthylamin, Piperidinopropylamin, Pipocolinopropylamin, Diäthylaminohexylamin, Diäthylaminobutylamin, Dimethylaminoamylamin, N,N -Diäthylaminoäthyl- N' -laurylamin, 2-Aethylhexylaminoäthylamin, Stearylaminoäthylamin und Oleylaminoäthylamin.

Bei Einführung in die Seitenkette, wie in der allgemeinen Formel (I) dargestellt ist, weisen die vorstehend genannten Amine eine starke Affinität auf zu den anionischen Resten, wie den Carbonsäureresten in den Harzen, die in den Trägern enthalten sind. Es wird angenommen, daß aufgrund dieser Tatsache ein Beitrag zur Verbesserung der Dispersion von Pigmenten in verschiedenen Anwendungsgebieten geleistet wird.

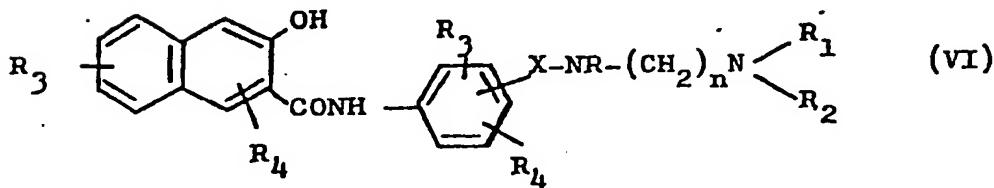
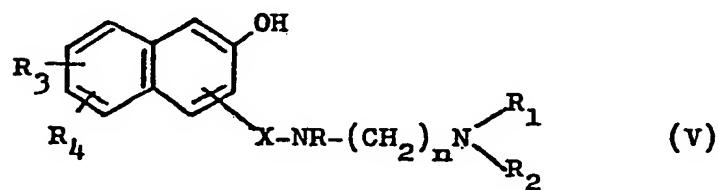
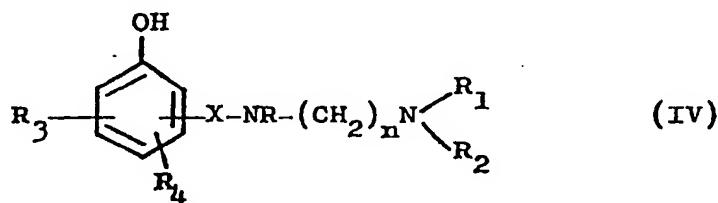
Wenn die färbenden Verbindungen, die durch die allgemeine Formel (I) angegeben sind, substituierte Azoverbindungen sind, können diese Verbindungen durch die beiden nachfolgend aufgeführten Verfahren hergestellt werden.

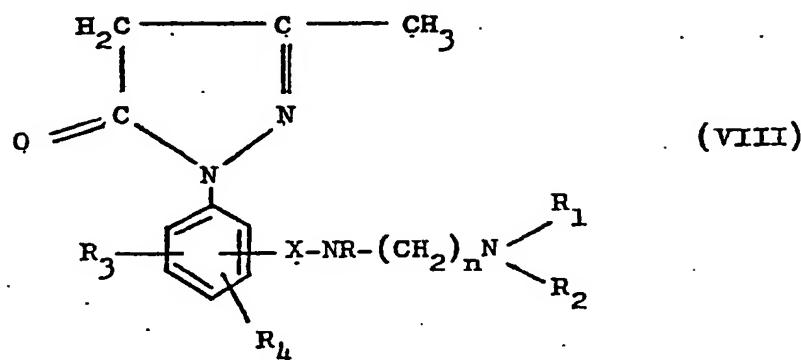
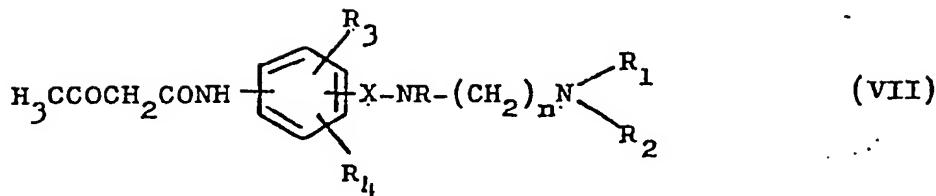
Das erste Verfahren umfaßt die Diazotierung eines aromatischen Amins der allgemeinen Formel (III)



worin n , X , R , R_1 und R_2 die vorstehend genannte Bedeutung haben und R_3 und R_4 unabhängig voneinander ein Wasserstoffatom, einen Alkylrest, eine Methoxygruppe, ein Halogenatom, eine Sulfogruppe oder eine Nitrogruppe (in einem üblichen Weg) darstellen und nachfolgend das diazotierte Amin gekuppelt wird mit einem im industriellen Bereich nützlichen Kuppler, wie beispielsweise Phenol, Naphthol, Acetoacetanilid, Pyrazolon oder Oxychinolin.

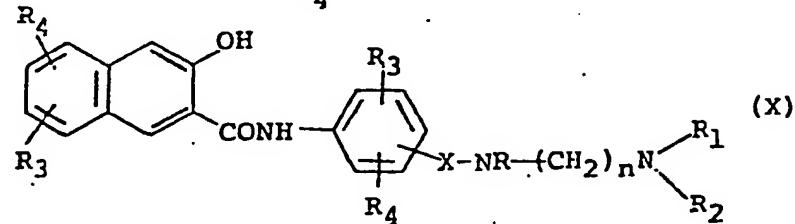
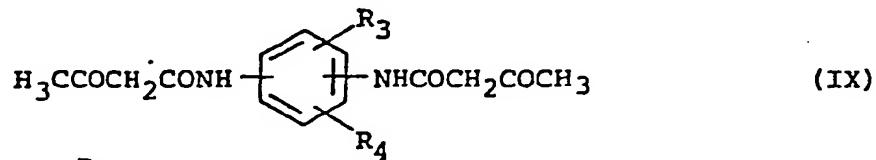
Das zweite Verfahren umfaßt die Kupplung einer diazotierten Base mit industriell wertvollen Eigenschaften mit einer Kupplungskomponente einer der folgenden allgemeinen Formeln (IV), (V), (VI), (VII) und (VIII)

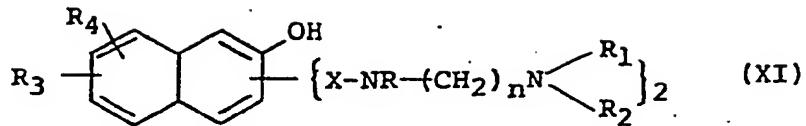




worin n , X , R , R_1 , R_2 , R_3 und R_4 die oben genannte Bedeutung haben.

Es ist möglich, zwei oder mehr Substituenten nach dem ersten oder zweiten Verfahren einzuführen. Beispielsweise kann ein aromatisches Amin der allgemeinen Formel (III) gekuppelt werden mit den folgenden Kupplungskomponenten





worin n , X , R , R_1 , R_2 , R_3 und R_4 die oben genannte Bedeutung haben.

Unter Bezugnahme auf die allgemeine Formel (I) bedeuten R_1 und R_2 unabhängig voneinander ein Wasserstoffatom, einen substituierten oder unsubstituierten Alkylrest mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen oder einen substituierten oder unsubstituierten Alkenylrest mit 2 bis 20 Kohlenstoffatomen oder R_1 und R_2 bilden zusammen einen heterocyclischen Ring mit einem Stickstoff-, Sauerstoff- oder Schwefelatom. Insbesondere, wenn R_1 und R_2 einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen darstellen, sind außerordentlich gute Pigment-Dispersionen erhältlich für verschiedene Anwendungsbiete. Ein weiterer Vorteil liegt darin, daß die als Ausgangsmaterial verwendete Aminoverbindung leicht hergestellt werden kann.

Als für die Erfindung geeignete Pigmente können organische Pigmente genannt werden, wie beispielsweise Azopigmente, wie lösliche oder unlösliche Azopigmente oder kondensierte Azopigmente, Phthalocyaninpigmente, Chinacridonpigmente, Isoindolinonpigmente, Perylen-Perynon-Pigmente, Dioxazinpigmente, Küpenfarbstoff-Pigmente und Grundfarbstoff-Pigmente und organische Pigmente, wie Kohlenschwarz, Titanoxid, Chromgelb, Cadmiumgelb, Cadmiumrot, Roteisenoxid, Eisenschwarz, Zinkblüte, Preussischblau und Ultramarin.

Die erfindungsgemäß eingesetzten Verbindungen der allgemeinen Formel (I) werden vorzugsweise in einer Menge von 0,3 bis 30 Gew.-Teilen pro 100 Gew.-Teilen des Pigments eingesetzt. Eine Menge von weniger als 0,3 Gew.-Teilen kann nachteilig sein, da

der Effekt der Verbindungen der allgemeinen Formel (I) nicht zufriedenstellend erreicht wird, während eine Menge von mehr als 30 Gew.-Teilen genauso nachteilig sein kann, weil ein verbesselter Effekt nicht erwartet werden kann.

Wenn auch die erfindungsgemäßen Pigment-Zusammensetzungen durch einfaches Vermischen eines Pigment-Pulvers mit einem Pulver einer Verbindung der allgemeinen Formel (I) hergestellt werden können, so können gute Ergebnisse durch mechanisches Vermischen erzielt werden in Knetern, Trommeln, Schleifvorrichtungen, Supermühlen oder verschiedenen Typen von Pulver- oder Mahlmaschinen, durch Zugabe einer Lösung, welche eine Verbindung der allgemeinen Formel (I) enthält, zu einem Suspensionssystem eines Pigments in Wasser oder in einem organischen Lösungsmittel, wobei der Verbindung der allgemeinen Formel (I) ermöglicht wird, sich auf der Oberfläche des Pigments abzusetzen. Eine andere Möglichkeit besteht in der gleichzeitigen Auflösung beider Komponenten, d.h. eines organischen Pigments und einer Verbindung der allgemeinen Formel (I), in einem Lösungsmittel mit starken Lösungseigenschaften, wie beispielsweise Schwefelsäure, und nachfolgender gleichzeitiger Ausfällung der beiden Komponenten unter Verwendung eines schlechten Lösungsmittels, wie beispielsweise Wasser.

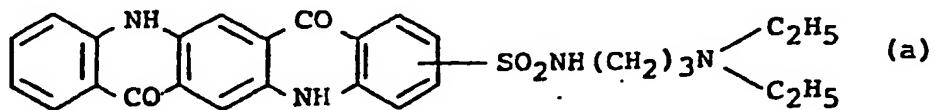
Wenn die so erhaltene Pigment-Zusammensetzung in verschiedenen Offsetdruck-Druckfarbenträgern, wie beispielsweise in Kolophonium-modifizierten Harzen und in Tiefdruck-Druckfarben, wie gehärteten Kolophonium-Lacken, Polyamidharz-Lacken und Polyvinylchloridharz-Lacken verwendet wird oder verwendet wird in Nitrocellulose-Lacken, bei Raumtemperatur trocknenden oder gebrannten Farben von Aminoalkyd-Harzen, Acryllacken, gebrannten Farben von Aminoacryl-Harzen oder Urethanharz-Farben, so dient die Zusammensetzung zur Verringerung der Viskosität des Dispersionsmittels und reduziert die strukturelle Viskosität des Dispersionssystems, wodurch eine gute Fluidität im Ver-

gleich zu der Verwendung eines Pigments allein erzielt wird. Darüber hinaus zeigt die erfindungsgemäße Pigment-Zusammensetzung üblicherweise nicht die Probleme, wie Farbtrennung und Änderung der Kristalle, sondern versieht gedruckte Erzeugnisse, Formen oder Filme mit einem guten Farbton und Glanz.

In den folgenden Herstellungsbeispielen werden allgemeine Verfahren zur Herstellung typischer Verbindungen der allgemeinen Formel (I) beschrieben. Die nachfolgend verwendeten Teile und Prozentzahlen sind Gewichtsteile und Gewichtsprozente, sofern im Text nicht anders vorgesehen.

Herstellungsbeispiel 1

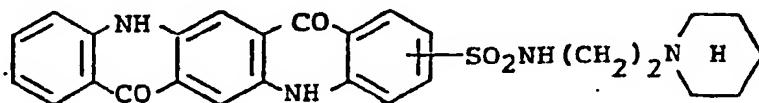
10 Teile von nicht substituiertem Chinacridon wurden 100 Teilen Chlorsulfösäure bei Temperaturen von 10 bis 20°C zugesetzt. Das erhaltene Gemisch wurde 3 Stunden bei Temperaturen von 40 bis 50°C gerührt, sodann in 1000 Teile Eiswasser eingegossen, filtriert und mit Wasser gewaschen. Es wurde quantitativ ein Wasserkuchen von Chinacridonmonochlorsulfonat erhalten. Der Wasserkuchen aus diesem Chlorsulfonat wurde zu 300 Teilen Eiswasser gegeben, wodurch eine Aufschämmung erhalten wurde, zu welcher 20 Teile N,N-Diäthylaminopropylamin zugesetzt wurden. Das Gemisch wurde 4 Stunden bei einer Temperatur von höchstens 10°C gerührt, sodann filtriert und mit Wasser gewaschen. Anschließend wurde der Wasserkuchen zu 300 Teilen einer 0,5 %-igen wäßrigen Lösung von Natriumcarbonat gegeben, für eine Stunde gerührt, filtriert, mit Wasser gewaschen bis zur Neutralisation und getrocknet. Es wurden 16 Teile eines Chinacridon-Derivates der Formel



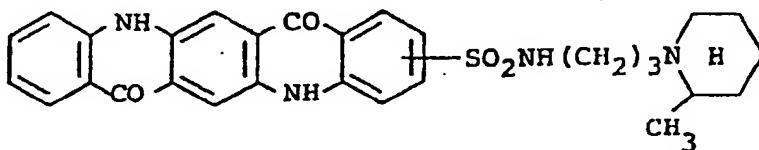
erhalten.

Die durch Elementaranalyse der Verbindung (a) erhaltenen Werte entsprachen im wesentlichen den berechneten Werten.

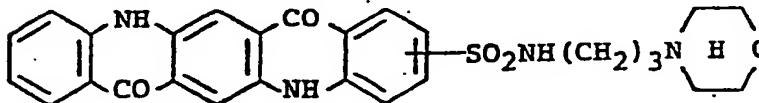
Es wurden verschiedene Amine mit dem Chinacridonmonochlorsulfonat, welches in ähnlicher Weise, wie vorstehend beschrieben, erhalten wurde, umgesetzt. Dadurch wurden quantitativ Chinacridon-Derivate der nachstehend aufgeführten Formeln erhalten.



(b)



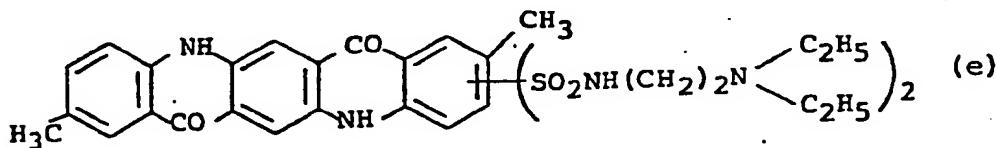
(c)



(d)

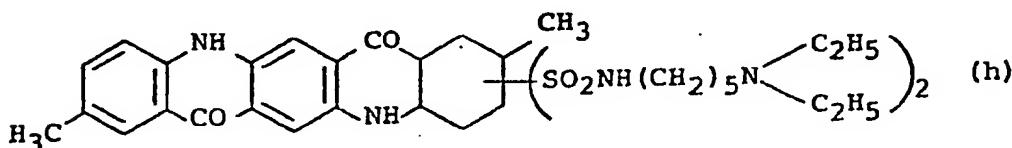
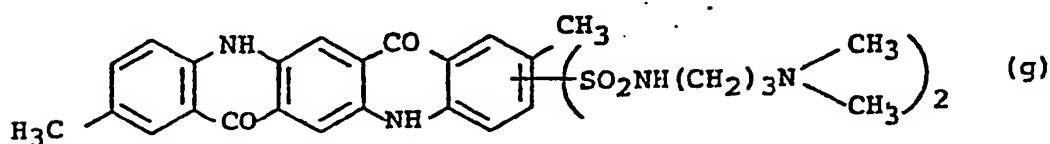
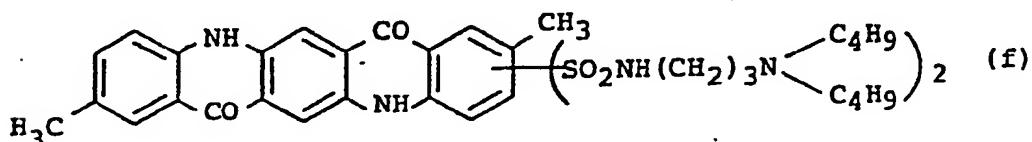
Herstellungsbeispiel 2

In ähnlicher Weise, wie im Herstellungsbeispiel 1 beschrieben, wurde 2,9-Dimethylchinacridon chlorsulfoniert und es wurde ein Dichlorsulfonat erhalten, welches nachfolgend mit N,N-Diäthylaminoäthylamin umgesetzt wurde. Es wurde in quantitativer Ausbeute ein Chinacridon-Derivat der folgenden Formel erhalten.



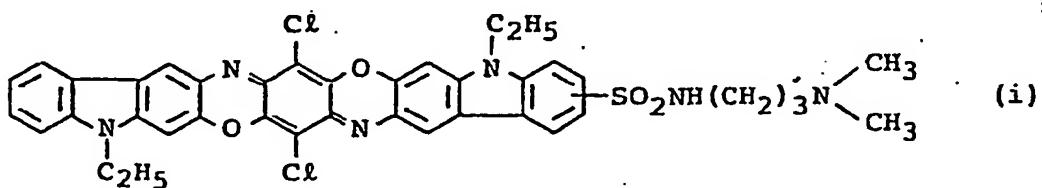
130062/0580

Es wurden verschiedene Amine mit dem 2,9-Dimethylchinacridon-dichlorsulfonat, welches auf ähnliche Weise erhalten wurde, umgesetzt. Es wurden quantitativ die Chinacridon-Derivate der folgenden Formeln erhalten:

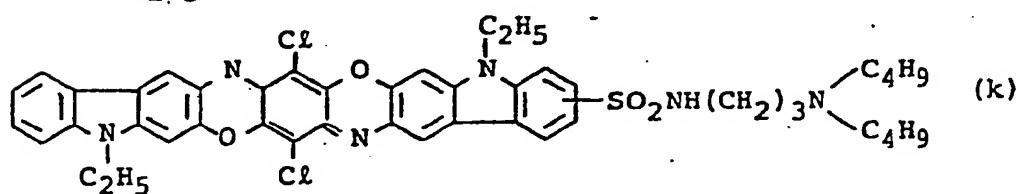
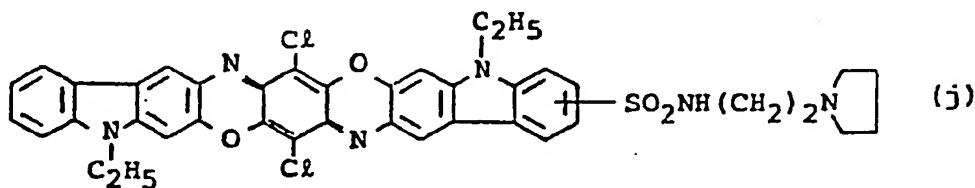


Herstellungsbeispiel 3

Auf ähnliche Weise, wie in Herstellungsbeispiel 1 beschrieben, wurde Dioxazin chlorsulfoniert und es wurde das Monochlorsulfonat erhalten, welches nachfolgend mit N,N-Dimethylaminopropylamin umgesetzt wurde. Es wurde ein Dioxazin-Derivat der folgenden Formel in quantitativer Ausbeute erhalten:

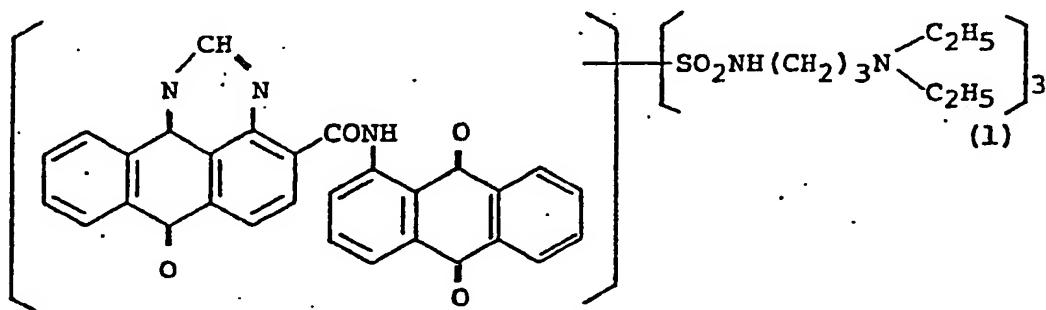


Verschiedene Amine wurden mit dem Dioxazinmonochlorsulfonat, welches nach einem ähnlichen Verfahren erhalten wurde, umgesetzt. Dadurch wurden Dioxazin-Derivate der folgenden Formeln erhalten:



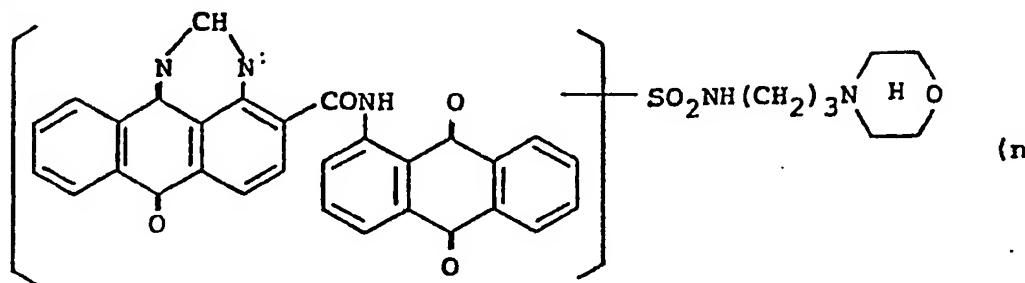
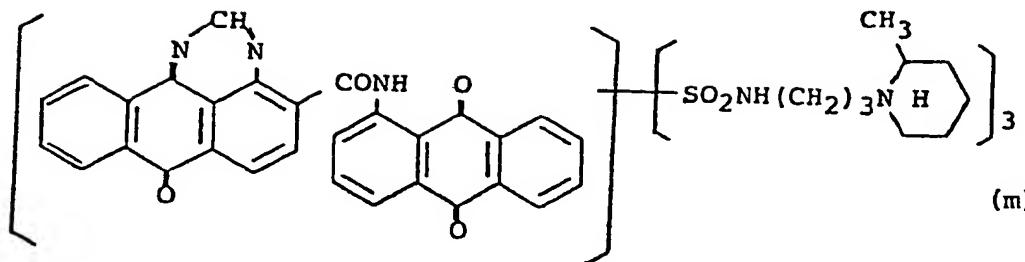
Herstellungsbeispiel 4

In ähnlicher Weise, wie in Herstellungsbeispiel 1 beschrieben, wurde Anthrapyrimidin chlorsulfoniert und es wurde ein Trichlorsulfonat erhalten, welches nachfolgend mit N,N -Diäthylaminopropylamin umgesetzt wurde. Es wurde in quantitativer Ausbeute ein Anthrapyrimidin-Derivat der folgenden Formel erhalten:



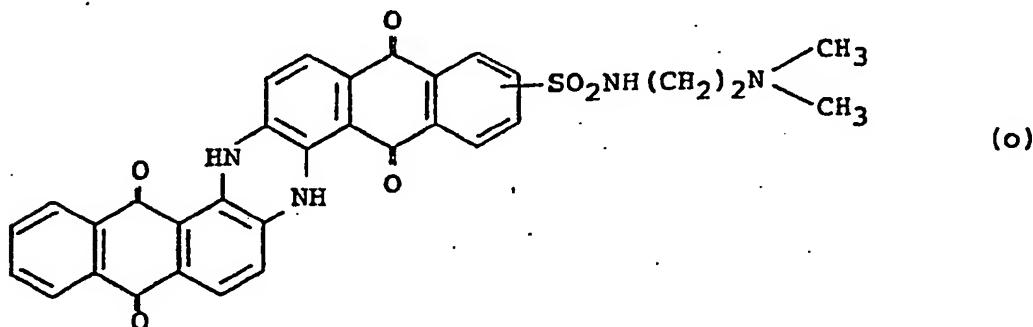
Verschiedene Amine wurden mit dem auf ähnlichen Weg erhaltenen Anthrapyrimidintrichlorsulfonat umgesetzt und es wurden die Anthrapyrimidin-Derivate der folgenden Formeln in quantitativer Ausbeute erhalten:

130062/0580



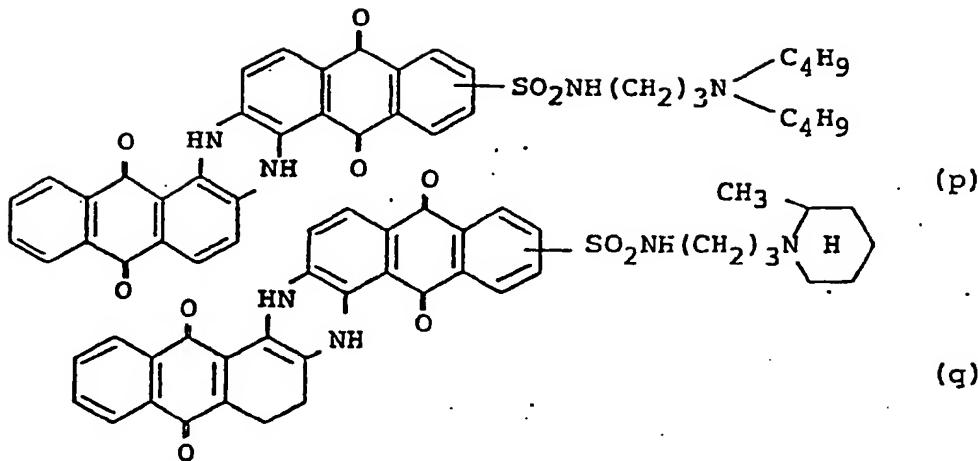
Herstellungsbeispiel 5

Auf ähnliche Weise, wie im Herstellungsbeispiel 1 beschrieben, wurde Indanthron chlorsulfoniert und es wurde ein Monochlorsulfonat erhalten, welches nachfolgend mit N,N-Dimethylaminoäthylamin umgesetzt wurde. Es wurde in quantitativer Ausbeute ein Indanthron-Derivat der folgenden Formel erhalten:



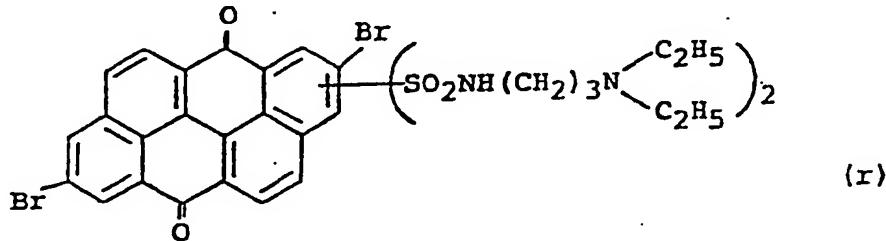
Verschiedene Amine wurden mit dem durch diese ähnliche Methode erhaltenen Indanthronmonochlorsulfonat umgesetzt und es wurden Indanthron-Derivate der folgenden Formeln in quantitativer Ausbeute erhalten:

130062/0580

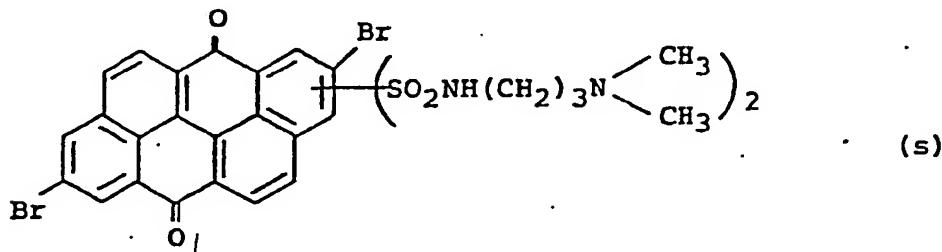


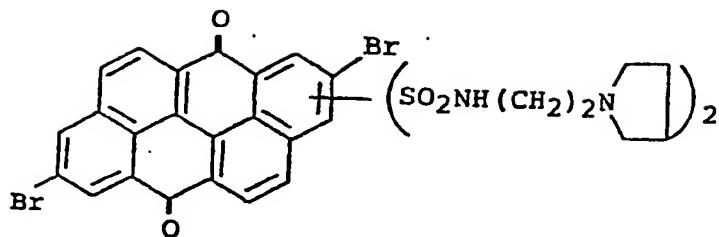
Herstellungsbeispiel 6

In ähnlicher Weise, wie in Herstellungsbeispiel 1 beschrieben, wurde Dibromanthrone chlorsulfoniert und es wurde ein Dichlorsulfonat erhalten, welches nachfolgend mit N,N-Diäthylaminopropylamin umgesetzt wurde. Es wurde ein Dibromanthrone-Derivat der folgenden Formel erhalten:



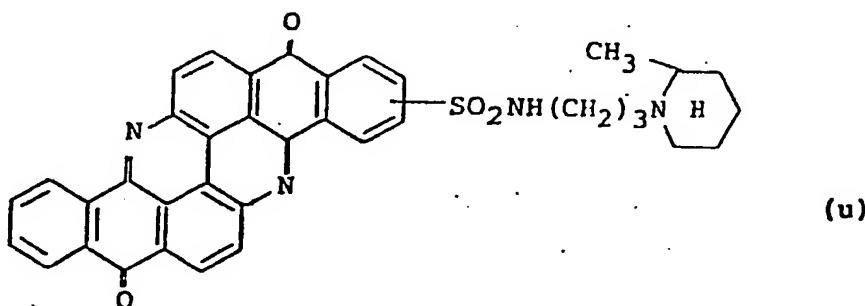
Verschiedene Amine wurden mit dem durch diese ähnliche Methode erhaltenen Dibromanthronedichlorsulfonat umgesetzt und es wurden Dibromanthrone-Derivate der folgenden Formeln erhalten:



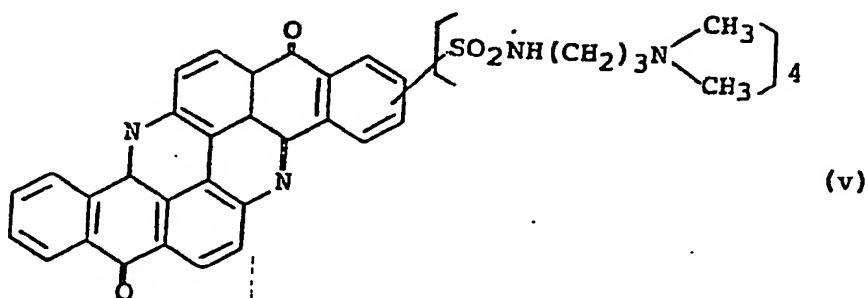


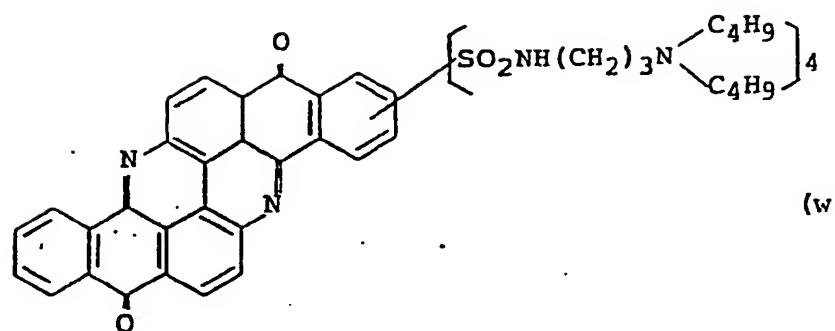
Herstellungsbeispiel 7

In ähnlicher Weise, wie in Herstellungsbeispiel 1 beschrieben, wurde Flavanthron chlorsulfoniert und es wurde ein Tetrachlorsulfonat erhalten, welches nachfolgend mit N-Aminopropyl-2-Pipercolin umgesetzt wurde. Es wurde ein Flavanthron-Derivat der folgenden Formel erhalten:



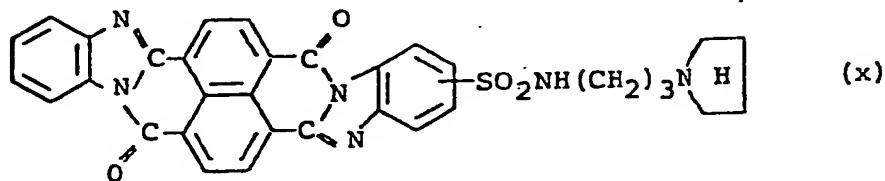
Verschiedene Amine wurden mit dem auf diese ähnliche Methode erhaltenen Flavanthronchlorsulfonat umgesetzt und es wurden Flavanthron-Derivate der folgenden Formeln erhalten:



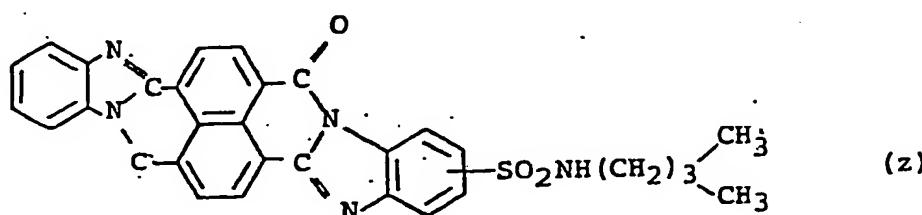
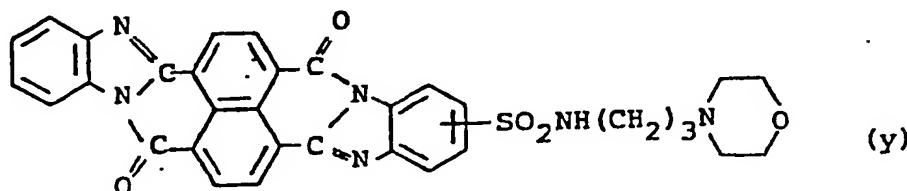


Herstellungsbeispiel 8

In ähnlicher Weise, wie in Herstellungsbeispiel 1 beschrieben, wurde Perynon chlorsulfoniert und es wurde ein Monochlorsulfonat erhalten, welches nachfolgend mit N-Aminoäthylpyrrolidin umgesetzt wurde. Es wurde ein Perynon-Derivat der folgenden Formel erhalten:

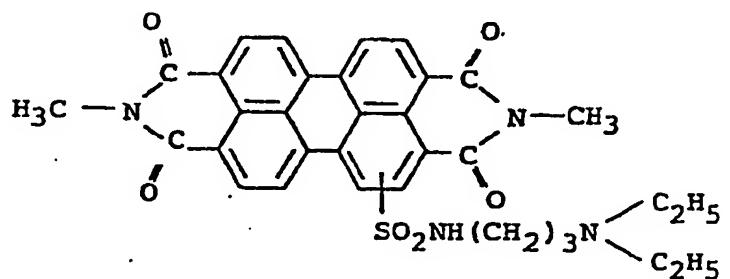


Verschiedene Amine wurden mit dem auf diese ähnliche Methode erhaltenen Perynonmonochlorsulfonat umgesetzt. Es wurden Perynon-Derivate der folgenden Formeln erhalten:



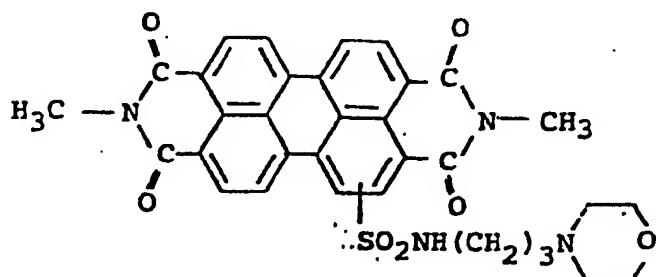
Herstellungsbeispiel 9

In ähnlicher Weise, wie in Herstellungsbeispiel 1 beschrieben, wurde Perylen chlorsulfoniert und es wurde ein Monochlorsulfonat erhalten, welches nachfolgend mit N,N-Diäthylaminopropylamin umgesetzt wurde. Es wurde ein Perylen-Derivat der folgenden Formel in quantitativer Ausbeute erhalten:

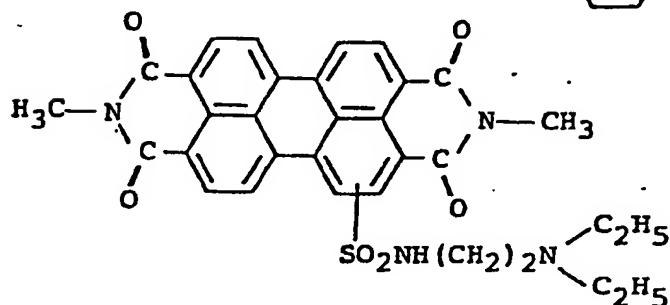


(a')

Verschiedene Amine wurden mit dem auf diese ähnliche Methode erhaltenen Perylenmonochlorsulfonat umgesetzt. Es wurden dabei Perylen-Derivate der folgenden Formeln in quantitativer Ausbeute erhalten:



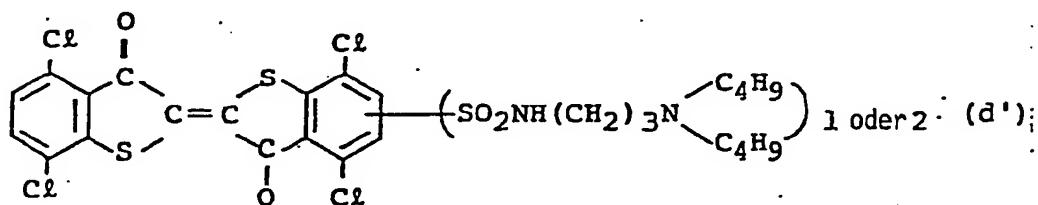
(b')



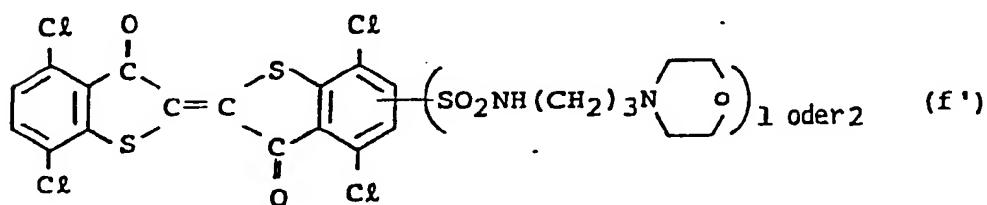
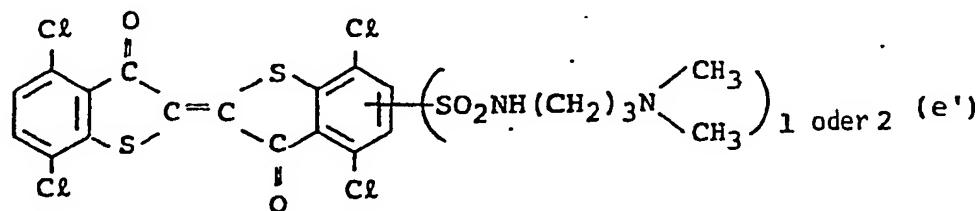
(c')

Herstellungsbeispiel 10

In ähnlicher Weise, wie in Herstellungsbeispiel 1 beschrieben, wurde Thioindigo chlorsulfoniert und es wurde ein Gemisch aus 60 % eines Monochlorsulfonats und 40 % eines Dichlorsulfonats erhalten. Dieses Gemisch wurde nachfolgend mit N,N-Dibutylpropylamin umgesetzt und es wurde ein Thioindigo-Derivat der folgenden Formel erhalten:

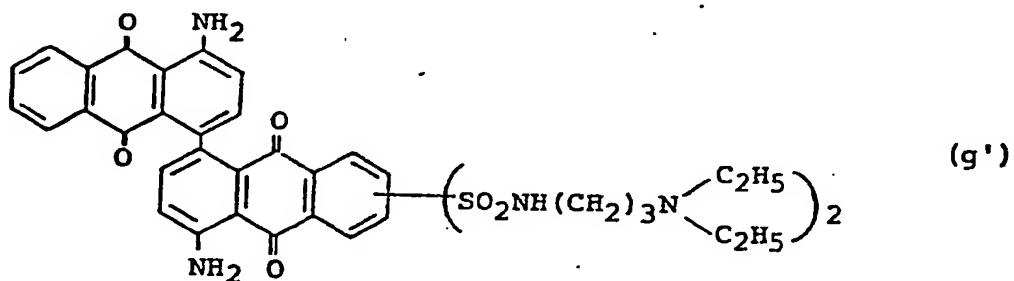


Verschiedene Amine wurden mit den auf diese ähnliche Methode hergestellten Thioindigochlorsulfonaten umgesetzt und es wurden Thioindigo-Derivate der folgenden Formeln erhalten:

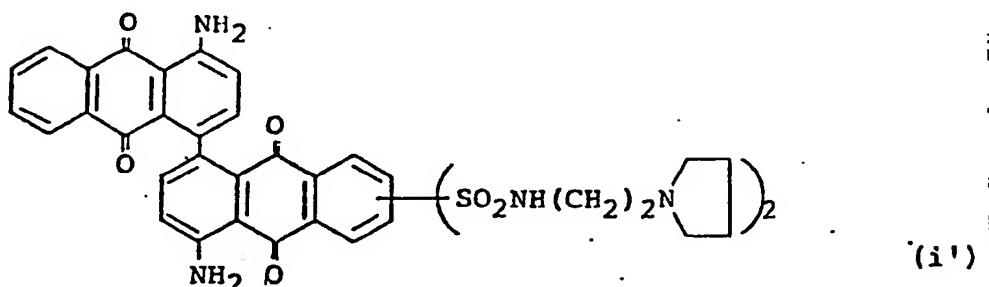
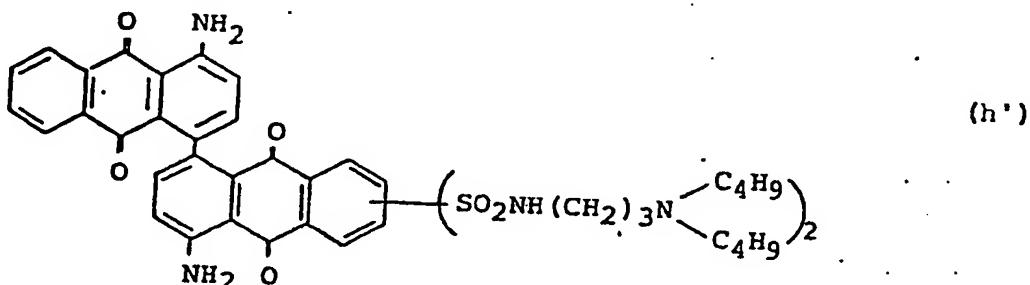


Herstellungsbeispiel 11

In ähnlicher Weise, wie in Herstellungsbeispiel 1 beschrieben, wurde 4,4'-Diamino-1,1'-dianthrachinonyl chlorsulfoniert und es wurde ein Dichlorsulfonat erhalten, welches nachfolgend mit N,N-Diaminopropylamin umgesetzt wurde. Es wurde ein 4,4'-Diamino-1,1'-anthrachinonyl-Derivat der folgenden Formel erhalten:

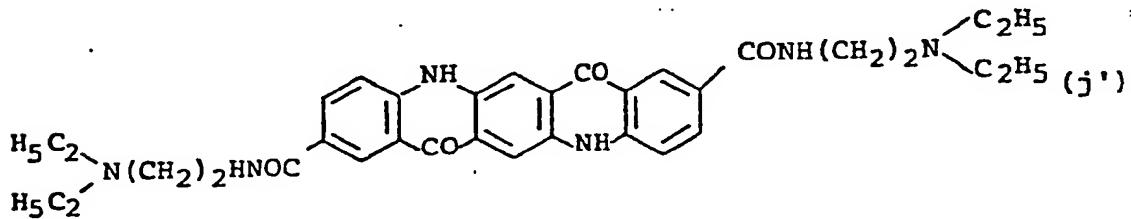


Verschiedene Amine wurden mit dem auf diese ähnliche Weise hergestellten 4,4'-Diamino-1,1'-anthrachinonyldichlorsulfonat umgesetzt und es wurden in quantitativer Ausbeute Dianthrachinonyl-Derivate der folgenden Formeln erhalten:



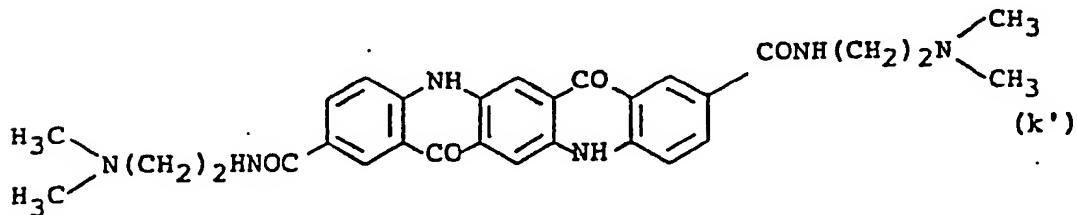
Herstellungsbeispiel 12

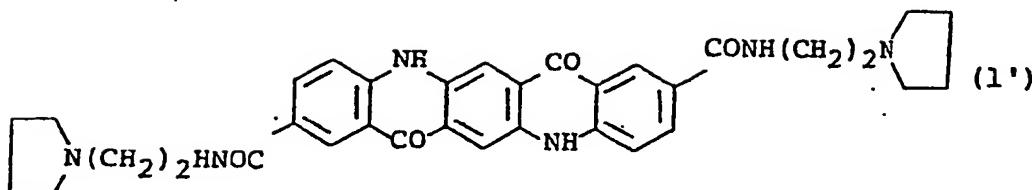
10 Teile Chinacridon-2,9-dicarbonsäure, die durch Hydrolyse des 2,9-Dicarbonsäuremethylesters von Chinacridon in einer konzentrierten Schwefelsäure hergestellt worden war, wurden zu 50 Teilen Chlorsulfinsäure gegeben, 3 Stunden bei Temperaturen von 10 bis 20°C gerührt, in 1000 Teile Eiswasser gegossen, filtriert und mit Wasser gewaschen. Es wurde in quantitativer Ausbeute ein Wasserkuchen von Chinacridon-2,9-dicarbonsäurechlorid erhalten. Dieser Wasserkuchen wurde zu einem Lösungsmittelgemisch aus 200 Teilen Wasser und 100 Teilen Dioxan gegeben und es wurde eine Aufschämmung erhalten, welcher 20 Teile N,N-Diäthylaminoäthylamin und 5 Teile Natriumcarbonat zugesetzt wurden. Das Gemisch wurde 3 Stunden bei Temperaturen von 10 bis 20°C gerührt und eine weitere Stunde bei Temperaturen von 70 bis 80°C gerührt, filtriert und mit Wasser gewaschen. Es wurden 18 Teile eines Chinacridon-Derivats der folgenden Formel erhalten:



Die durch Elementaranalyse der Verbindung (j') erhaltenen Werte stimmten im wesentlichen mit den berechneten Werten überein.

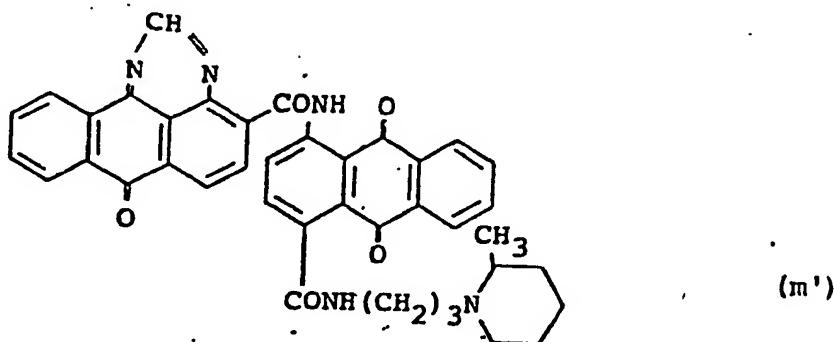
Es wurden verschiedene Amine mit dem in dieser ähnlichen Weise erhaltenen Chinacridon-2,9-dicarbonsäurechlorid umgesetzt und es wurden Chinacridon-Derivate der folgenden Formeln erhalten:





Herstellungsbeispiel 13

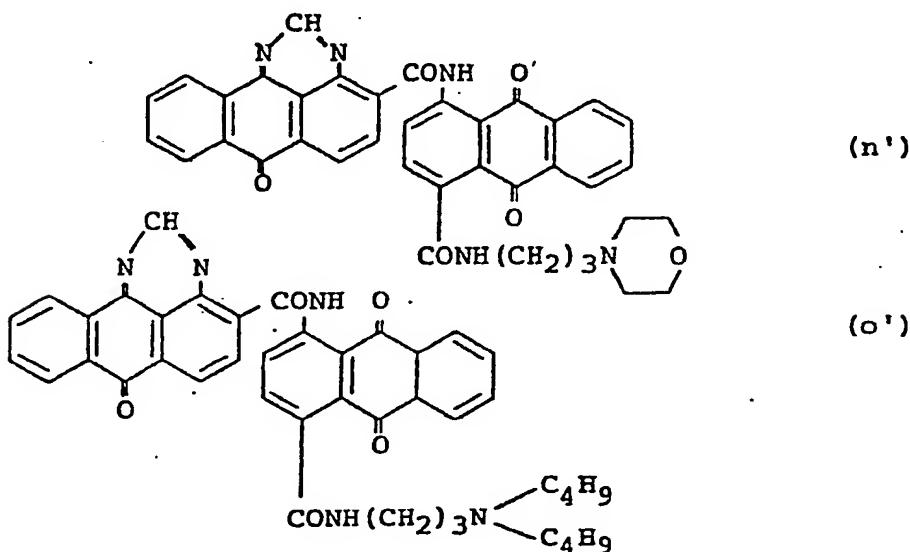
20 Teile Anthrapyrimidincarbonsäure wurden zu 100 Teilen Chlor-sulfonsäure gegeben und das erhaltene Gemisch wurde 3 Stunden bei Temperaturen von 20 bis 30°C gerührt. Nachfolgend wurden 5 Teile Thionylchlorid hinzugefügt und das erhaltene Gemisch wurde 2 Stunden bei 40 bis 50°C gerührt, sodann in 100 Teile Eiswasser eingegossen, filtriert und mit Wasser gewaschen. Es wurde in quantitativer Ausbeute ein Wasserkuchen des Carbonylchlorids erhalten. Dieser Wasserkuchen wurde 300 Teilen Aceton zugesetzt. Es wurde eine Aufschämmung erhalten und zu dieser Aufschämmung wurden 10 Teile N-Aminopropyl-2-pipeolin gegeben. Das Gemisch wurde 4 Stunden bei Temperaturen von 30 bis 40°C gerührt und 5 Teile Natriumcarbonat wurden hinzugefügt. Das so erhaltene Gemisch wurde 1 Stunde bei Temperaturen von 70 bis 80°C gerührt, filtriert, mit Wasser gewaschen und getrocknet. Es wurden 25 Teile eines Anthrapyrimidin-Derivats der folgenden Formel erhalten:



130062/0580

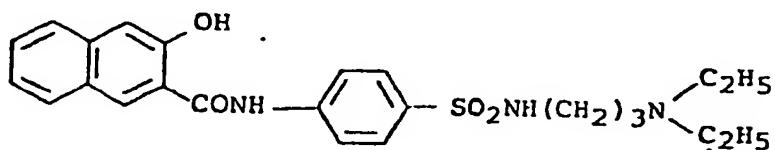
Die Werte der Elementaranalyse der Verbindung (m') entsprachen im wesentlichen den berechneten Werten.

Verschiedene Amine wurden mit dem auf diese ähnliche Weise erhaltenen Anthrapyrimidincarbonsäurechlorid umgesetzt und es wurden Anthrapyrimidin-Derivate der folgenden Formeln erhalten:



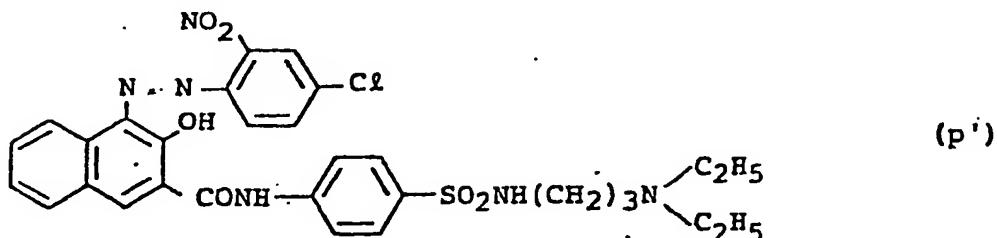
Herstellungsbeispiel 14

β -Hydroxynaphthoësäure wurde 1 Stunde unter Erhitzen und Röhren in Benzol unter Rückfluß mit einer äquimolaren Menge von Thionylchlorid gekocht. Es wurde β -Hydroxynaphthoësäurechlorid erhalten. Nach dieser Umsetzung wurde N,N-Diäthylaminopropylamin zugesetzt und das Erhitzen unter Rückfluß und Röhren wurde eine weitere Stunde fortgeführt. Es wurde die Kupplungskomponente der folgenden Formel erhalten:



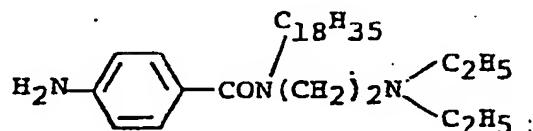
130062/0580

Es wurde eine Kupplungsreaktion mit dieser Kupplungskomponente ausgeführt und es wurde der folgende Azofarbstoff erhalten:

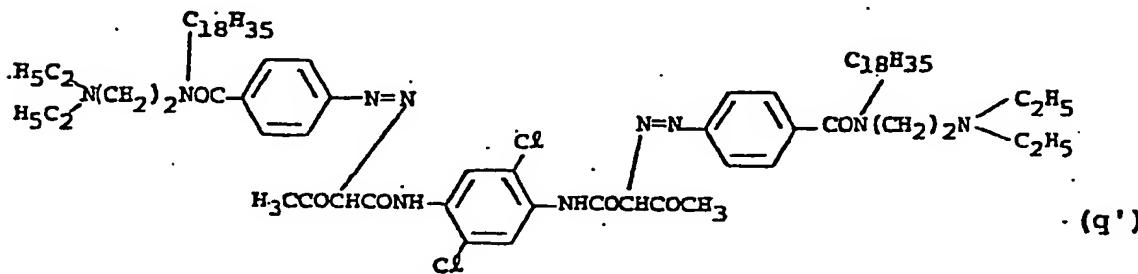


Herstellungsbeispiel 15

p-Nitrobenzoylchlorid wurde in Benzol 1 Stunde mit N,N-Diäthylaminoäthylöleylamin unter Rückfluß erhitzt. Es wurde ein Carbonsäureamid erhalten. Sodann wurde die Reduktion der Nitrogruppe in üblicher Weise durchgeführt und es wurde die folgende Diazoverbindung erhalten:

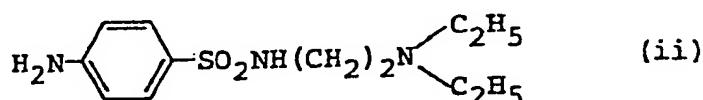
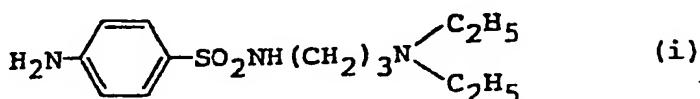


Diese Base wurde diazotiert und in üblicher Weise einer Kupplungsreaktion unterworfen, wodurch der folgende Diazofarbstoff erhalten wurde:

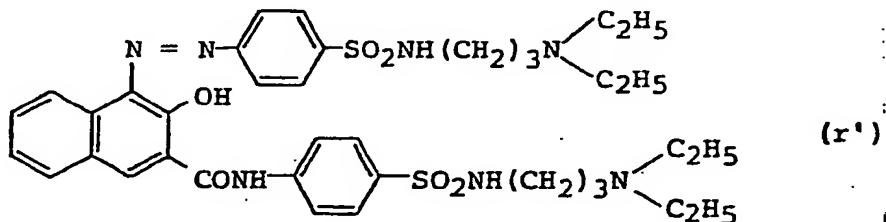


Herstellungsbeispiel 16

Ein Sulfonamid, welches durch 2-stündiges Kochen unter Rückfluß von p-Acetylaminosulfonylchlorid und N,N-Diäthylaminoäthylamin oder N,N-Diäthylaminopropylamin in Benzol oder Aceton unter Rühren und Erwärmen erhalten worden war, wurde in einer verdünnten Salzsäurelösung 1 Stunde unter Rückfluß gekocht, um deren Hydrolyse durchzuführen zu den folgenden Diazoverbindungen:

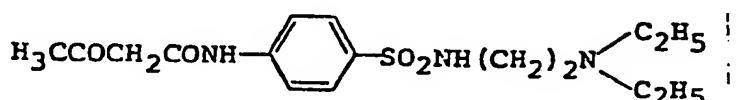


Diese Basen wurden diazotiert und einer Kupplungsreaktion unterworfen nach einem üblichen Verfahren, um die folgenden Diazo-farbstoffe r' bzw. s' zu erhalten:

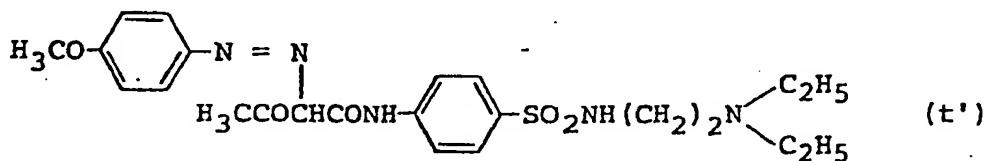


Herstellungsbeispiel 17

Die gemäß Herstellungsbeispiel 16 erhaltene Base (i) und eine äquimolare Menge Diketen wurden 1 Stunde in Xylool unter Erhitzen und Röhren am Rückfluß gekocht. Es wurde die folgende Kupplungskomponente erhalten:

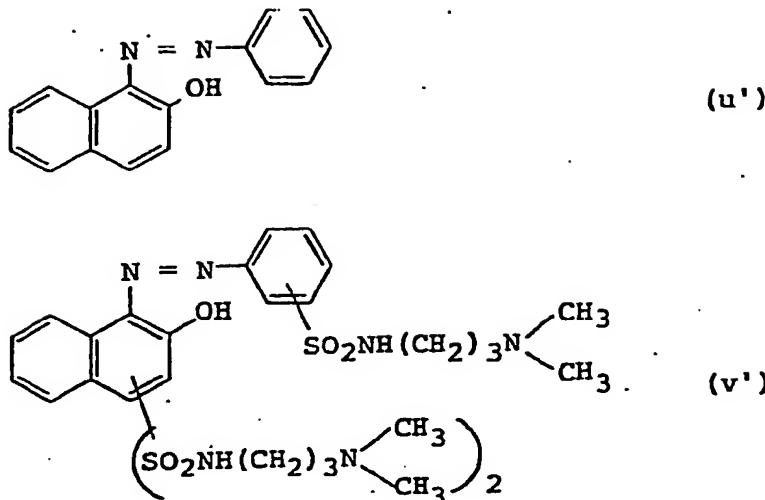


Die Kupplung wurde durchgeführt zwischen dieser Kupplungskomponente und einer diazotierten Base, wodurch der folgende Azofarbstoff erhalten wurde:



Herstellungsbeispiel 18

10 Teile eines Azofarbstoffs der folgenden Formel (u') wurden 1 Stunde mit 50 Teilen Chlorsulfonsäure bei etwa 50°C verrührt, in Eiswasser gegossen, filtriert und mit Wasser gewaschen. Es wurde ein Wasserkuchen aus einem Chlorsulfonat erhalten, der zu 200 Teilen Eiswasser gegeben wurde, wodurch eine Aufschämmung erhalten wurde. Zu dieser Aufschämmung wurde tropfenweise Dimethylaminopropylamin zugesetzt und es wurde 5 Stunden bei Temperaturen von 10 bis 20°C gerührt. Es wurde ein Azofarbstoff der folgenden Formel (v') erhalten:



Durch Analyse des reduktiven Abbaus der Azogruppen wurde gefunden, daß zwei Chlorsulfongruppen in den Naphthalinring einge-führt waren und eine Chlorsulfonylgruppe in den Benzolring ein-gefügt worden war. Die vorliegende Erfindung wird anhand der nach-folgenden Beispiele und Vergleichsbeispiele erläutert. Die chemi-schen Formeln der mit Buchstaben gekennzeichneten Verbindungen entsprechen denen der Herstellungsbeispiele.

Vergleichsbeispiele und Beispiele 1 bis 18

Tiefdruck-Druckfarben

Einem Vinylchloridharz-Lack für eine Tiefdruck-Druckfarbe wurden verschiedene Typen von Pigmenten zugesetzt, die einzeln (Ver-gleichsbeispiele) oder in Gemischen von Pigmenten und den in den Herstellungsbeispielen 1 bis 18 erhaltenen Verbindungen (Beispie-le 1 bis 18) verwendet wurden, in welchen die Pigment-Gehalte 10 % oder 25 % betrugen (wenn anorganische Pigmente eingesetzt wurden), wodurch Tiefdruck-Druckfarben hergestellt wurden. Die Viskositäten dieser Druckfarben wurden gemessen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 dargestellt, der entnommen werden kann, daß die erfindungsgemäßen Pigment-Zusammensetzungen eine ausgezeich-nete Fluidität besitzen.

- 34 -

- 35 -

3106906

Weiterhin wurde gefunden, daß die Tiefdruck-Druckfarben, welche unter Verwendung der erfindungsgemäß hergestellten Pigment-Zusammensetzungen hergestellt wurden, ausgezeichnet waren hinsichtlich der Klarheit des Farbtons, der Farbkraft und des Glanzes von bedruckten Materialien.

130062/0580

Viskosität von Tiefdruck-Druckfarben
(B.M. Modell, rotierendes Viskometer)

	Pigment	Identifi- zierung der Ver- bindung	Anzahl der Umdre- hungen des Rotors Misch- verhält- nis	Viskosität/cps			
				6	12	30	60
Vergleichs- beispiel	C.I.Pigment Gelb 83	-	-	3530	1520	840	610
1	"	1	90 : 10	1520	1010	680	610
2	"	n	"	1450	1020	720	450
3	"	v	95 : 5	1580	1090	730	620
4	"	w	90 : 10	1350	990	710	440
5	"	y	"	1440	1070	780	640
Vergleichs- beispiel	C.I.Pigment Rot 17	-	-	5380	2790	1800	980
6	"	a	90 : 10	2730	1350	770	600
7	"	k	"	2430	1220	690	540
8	"	x	"	2200	1100	650	530
9	"	j'	95 : 5	2410	1210	670	530
10	"	r'	85 : 15	2200	1100	650	540
Vergleichs- beispiel	C.I.Pigment Rot 48	-	-	6200	3100	1720	1240
11	"	b	90 : 10	3100	1350	880	830
12	"	h	85 : 15	2790	1350	930	900
13	"	t	95 : 5	2580	1090	910	880
14	"	p'	90 : 10	3100	1350	880	800

TABELLE 1 - Fortsetzung

	Pigment	Identifi-zierung der Ver- bindung	Anzahl der Umdre- hungen des Rotors	Viskosität/cps				
				Misch- verhältnis	6	12	30	60
Vergleichs- beispiel	* C.I.Pigment Gelb 34	-	-		870	620	560	520
15	"	m	90 : 10		620	460	370	350
16	"	s'	"		630	470	350	330
Vergleichs- beispiel	* C.I.Pigment Weiß 6	-	-		790	600	550	490
17	"	c	95 : 5		570	430	390	360
18	"	g'	90 : 10		590	460	400	380

* Anorganisches Pigment. Der Gehalt an Pigment in der Tiefdruck-Druckfarbe beträgt 25 %.

Beispiele 19 bis 43

Aminoalkydhärz-Brennfarben

Zu einem Aminoalkydhärz-Lack für eine Brennfarbe wurden verschiedene Pigmente, die einzeln (Vergleichsbeispiele) oder in Gemischen von verschiedenen Pigmenten eingesetzt wurden und die in den Herstellungsbeispielen 1 bis 17 erhaltenen Verbindungen, in welchen die Gehalte an Pigmenten 6 % oder 25 % betragen (wenn anorganische Pigmente verwendet wurden) hinzugesetzt, wodurch Farben hergestellt wurden. Die Viskositäten der Farben wurden gemessen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 2 dargestellt.

Es wurde gefunden, daß die Aminoalkydfarben dieser Beispiele eine ausgezeichnete Fluidität und Kristallstabilität besaßen und die aus diesen Farben hergestellten Filme zeigten ebenfalls eine ausgezeichnete Klarheit der Farbe, Farbstärke und des Glanzes. Hinsichtlich der Lagerstabilität zeigten sie keinerlei Neigung zu einer Erhöhung der Viskosität und waren somit auch in dieser Hinsicht vorzüglich.

Viskosität der Aminoalkyldharz-Brennfarben
(B.M. Modell, rotierendes Viskometer)

	Pigment	Identifi- zierung der Ver- bindung	Anzahl der Umdre- hungen des Rotors	Viskosität/cps			
				6	12	30	60
Vergleichs- Beispiel	C.I. Pigment Blau 15	-	-	8700	6100	3550	2600
		i	90 : 10	2100	1300	980	950
		o	"	2310	1250	970	850
		q	95 : 5	1930	1020	870	840
		q'	90 : 10	2200	1310	1000	920
Vergleichs- beispiel	C.I. Pigment Violett 19	-	-	8100	4600	2210	1230
		a	90 : 10	4800	2900	1480	970
		c	"	3780	1910	1020	900
		q	85 : 15	3730	1920	1070	950
		b'	95 : 5	3550	1920	1200	910
		k'	"	3400	1830	1010	900
Vergleichs- beispiel	C.I. Pigment Gelb 93	-	-	1600	1440	1320	1100
		q'	90 : 10	920	780	620	550
Vergleichs- beispiel	C.I. Pigment Gelb 108	-	-	8900	6300	3800	2700
		u	85 : 15	2320	1270	980	870
		s'	90 : 10	1930	1020	860	820
		o'	"	2100	1300	960	920

TABELLE 2 - Fortsetzung

	Pigment	Identifi- zierung der Ver- bindung	Anzahl der Umdre- hungen des verhält- nis	Viskosität/cps			
				6	12	30	60
Vergleichs- beispiel	C.I.Pigment Rot 168	-	-	2200	1800	1610	1510
32	"	s	90 : 10	1100	810	720	620
33	"	e'	95 : 5	1010	780	690	590
34	"	h'	"	1050	780	680	550
Vergleichs- beispiel	C.I.Pigment Rot 177	-	-	3540	1620	980	720
35	"	b	95 : 5	1450	1020	710	520
36	"	g'	"	1350	990	710	430
37	"	i'	90 : 10	1440	1010	780	640
Vergleichs- beispiel	C.I.Pigment Rot 179	-	-	8100	4500	2100	1250
38	"	b	90 : 10	3780	1900	1020	890
39	"	y	"	3480	1920	1150	910
Vergleichs- beispiel	C.I.Pigment Orange 36	-	-	700	600	520	480
40	"	l	85 : 15	440	380	340	300
41	"	w	90 : 10	390	300	260	220
42	"	z	95 : 5	420	400	370	340
Vergleichs- beispiel	C.I.Pigment Braun 25	-	-	1440	1230	1100	1010
43	"	q'	"	820	710	630	540

Hinsichtlich der Dispersionsstabilität wurde ein Vergleich unter Verwendung von Ausführungsbeispielen unternommen hinsichtlich der Farbtrennungs-Stabilität, welche für praktische Verwendungszwecke von besonderer Bedeutung ist.

Die in den Beispielen von Tabelle 2 angegebenen Farben wurden mit einer Basisfarbe aus Titanoxid gemischt, welche vorher unter Verwendung eines Aminoalkyldharz-Lackes hergestellt worden war, so daß das Verhältnis der Pigmente zum Titanoxid 1/10 betrug, wodurch hell gefärbte Farben erhalten wurden.

Die hell gefärbten Farben wurden ferner mit Xylol verdünnt und die Viskosität wurde eingeregelt bei 20 Sekunden (25°C) durch Ford Cup Nr. 4. Die verdünnten Farben wurden in Teströhren eingeführt und die Änderungen an den Glaswänden wurden beobachtet. Die Ergebnisse der Beobachtung sind in Tabelle 3 angegeben.

TABELLE 3

Beispiel	Pigment.	Identifi- zierung der Ver- bindung	Misch- ver- hältnis	Unmittel- bar nach Herstel- lung	1 Tag nach der Herstel- lung	1 Woche nach der Herstel- lung
Vergleichs- beispiel 19	C.I.Pigment Blau 15	-	-	△	x	x
"	"	i	90 : 10	○	○	○
Vergleichs- beispiel 24	C.I.Pigment Violett 19	-	-	△	x	x
"	"	c	90 : 10	○	○	○
Vergleichs- beispiel 33	C.I.Pigment Rot 168	-	-	○	△	x
"	"	e'	95 : 5	○	○	○
Vergleichs- beispiel 39	C.I.Pigment Rot 179	-	-	△	x	x
"	"	y	90 : 10	○	○	○

Bewertung: ○ Völlig einheitlich

○ Weiße Streifen treten in geringem Ausmaße auf

△ Weiße Streifenmuster treten auf

x Weiße Substanz ist völlig abgetrennt

In jedem Falle zeigten die erfindungsgemäßen Zusammensetzungen überlegene Wirkungen.

B e i s p i e l e 44 bis 61Nitrocelluloselack-Farben

Zu einem Nitrocelluloselack wurde C.I. Pigment Blau 15 allein (Vergleichsbeispiel) oder gemischte Pigment-Zusammensetzungen unter Einschluß von C.I.Pigment Blau 15 und einige Verbindungen, die in den Herstellungsbeispielen 1 bis 18 erhalten wurden, in einem Verhältnis von 95 : 5 zugegeben, so daß die Pigmentkomponenten 5,5 % betrugen. Die Viskositäten der so erhaltenen Farben sind in Tabelle 4 angegeben. Entsprechend wurden Kombinationen anderer Pigmente und verschiedener erfindungsgemäßer Verbindungen, wie sie dem Nitrocelluloselack zugesetzt wurden, hinsichtlich ihrer Viskosität getestet und die Ergebnisse sind in Tabelle 4 angegeben.

In jedem Falle zeigten die erfindungsgemäßen Zusammensetzungen eine gute Fluidität und die aus einer derartigen Zusammensetzung erhaltenen Filme wiesen einen ausgezeichneten Glanz, Klarheit und Farbkraft auf.

Viskosität auf der Basis von Nitrocelluloselack
(B.M. Modell, Viskometer)

	Pigment	Identifi- zierung der Ver- bindung	Anzahl der Umdre- hungen des verhältnis Misch- Rotors	Viskosität/cps			
				6	12	30	60
Vergleichs- beispiel	C.I.Pigment Blau 15	-	-	7800	4500	3120	2880
44	"	g	95 : 5	3920	2800	2050	1900
45	"	o	90 : 10	3830	2720	2100	1840
46	"	e'	"	4230	2770	2170	1920
47	"	q'	95 : 5	3940	2810	2080	1920
Vergleichs- beispiel	C.I.Pigment Rot 123	-	-	8900	6010	5430	4960
48	"	s	90 : 10	3610	2120	1420	1200
49	"	a'	"	3810	2300	1570	1180
50	"	l'	85 : 15	3070	1520	1070	880
51	"	p'	90 : 10	3620	2130	1440	1210
Vergleichs- beispiel	C.I.Pigment Gelb 12	-	-	12300	8200	5320	4230
52	"	l	95 : 5	5380	3900	3010	2840
53	"	s'	90 : 10	6320	4510	3120	2900
54	"	g'	85 : 15	5650	4020	3010	2800
Vergleichs- beispiel	C.I.Pigment Orange 36	-	-	2300	2010	1800	1650
55	"	d	90 : 10	1010	880	660	520
56	"	y	"	1200	900	830	670
57	"	h'	95 : 5	980	870	720	580

TABELLE 4 - Fortsetzung

	Pigment	Identifi-zierung der Ver- bindung	Anzahl der Umdre- hungen des Rotors	Viskosität/cps			
				6	12	30	60
Vergleichs- beispiel	C.I.Pigment Schwarz 6	-	-	13400	11000	6280	4990
58	"	a	90 : 10	6500	5430	4700	4500
59	"	e	"	6820	5900	4980	4670
60	"	f	95 : 5	8730	6550	5310	4980
61	"	q'	"	6820	5900	4950	4690

Die Farben der in Tabelle 4 angegebenen Beispiele wurden 3 Monate bei 50°C gelagert und ihre Viskositäten wurden gemessen. Die erhaltenen Ergebnisse sind in Tabelle 5 dargestellt.

TABELLE 5

Viskosität der Farben auf der Basis von Nitrocelluloselack unmittelbar nach ihrer Herstellung und 3 Monate nach ihrer Herstellung

Pigment	Identifi- zierung der Verbbindung	Mischver- hältnis	Anzahl der Umdre- hungen des Rotors	Viskosität/cps			
				6	12	30	60
Vergleichs- beispiel	C.I.Pigment Blau 15	-	-	7800	4500	3120	2880
	"	-	-	12300	7560	5230	3210
44	"	9	95 : 5	Unmittelbar nach der Herstellung	3920	2800	2050
	"	"	"	Nach 3 Monaten	3950	2820	2150
Vergleichs- beispiel	C.I.Pigment Rot 123	-	-	Unmittelbar nach der Herstellung	8900	6010	5430
	"	-	-	Nach 3 Monaten	13000	9200	6300
48	"	5	90 : 10	Unmittelbar nach der Herstellung	3610	2120	1420
	"	"	"	Nach 3 Monaten	3720	2240	1530
Vergleichs- beispiel	C.I.Pigment Orange 36	-	-	Unmittelbar nach der Herstellung	2300	2010	1800
	"	-	-	Nach 3 Monaten	9300	7600	6200
56	"	y	90 : 10	Unmittelbar nach der Herstellung	1200	900	830
	"	"	"	Nach 3 Monaten	1210	920	850

130062/0580

- 45 -
- 46 -

3106906

Den Ergebnissen in Tabelle 5 ist zu entnehmen, daß die erfindungsgemäßen Zusammensetzungen eine ausgezeichnete Lagerstabilität aufwiesen.

B e i s p i e l 62

Aminoacryl-Brennfarbe

Einem Aminoacryl-Brennfarbenlack wurde C.I.Pigment Orange 36 allein (Vergleichsbeispiel) oder eine gemischte Pigment-Zusammensetzung unter Einschluß von C.I.Pigment Orange 36 zugesetzt und die Verbindung d in einem Verhältnis von 90 : 10, so daß in beiden Fällen die Pigmentkomponente 6 % betrug. Die Fluidität der so erhaltenen Farben wurde verglichen und es wurde gefunden, daß die Farbe unter Verwendung der erfindungsgemäßen Pigment-Zusammensetzung dem Vergleichsbeispiel hoch überlegen war.

Ferner wurden die so hergestellten Farben mit einer Grundfarbe auf Aluminiumbasis vermischt, welche vorher hergestellt worden war mit einem Aminoacrylfarbenlack, so daß das Mischverhältnis von Pigment zu Aluminiumoxid 1:5 betrug. In diesem Falle zeigte die erfindungsgemäße Farbe einen klareren Farbton und einen besseren Glanz, als die bekannte Farbe.

B e i s p i e l 63

Polyurethanfarben-Lack

Zu einem Polyurethanfarben-Lack wurde C.I.Pigment Gelb 95 allein (Vergleichsbeispiel) oder eine gemischte Pigment-Zusammensetzung unter Einschluß von C.I.Pigment Gelb 95 zugesetzt und die Verbindung m in einem Verhältnis von 90 : 10, so daß in jedem Fall die Pigmentkomponente 10 % betrug. Die Fluidität und der Zustand des gefärbten Films der so erhaltenen Farben wurden ver-

glichen. Es wurde gefunden, daß die Farbe unter Verwendung der erfindungsgemäßen Pigment-Zusammensetzung überlegen war hinsichtlich der Fluidität und des Farbtons und des Glanzes des gefärbten Films.

B e i s p i e l 64

Kolophonium-modifizierte Phenolharz-Offsetdruckfarbe

Einem kolophonium-modifizierten Phenolharz-Offsetdruckfarblack wurde C.I.Pigment Rot 57 allein (Vergleichsbeispiel) oder eine gemischte Pigment-Zusammensetzung unter Einschluß von C.I.Pigment Rot 57 zugesetzt und die Verbindung c in einem Verhältnis von 85 : 15, so daß in jedem Falle die Pigmentkomponente 30 % betrug. Die Fluidität der so erhaltenen Offset-Druckfarben wurde verglichen mittels eines Viskometers mit parallelen Platten (parallel plate type viscometer). Es wurde gefunden, daß die erfindungsgemäße Pigment-Zusammensetzung überlegene Wirkungen zeigte.

Ferner wurde gefunden, daß bei Anwendung für bedruckte Materialien die erfindungsgemäße Pigment-Zusammensetzung eine bessere Klarheit des Farbtons, eine bessere Farbstärke und bessere Transparenz ergab.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:



BLACK BORDERS

- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER: _____**

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.